

VŠB – Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

Studium vlastností oxidických povlaků
Study of Properties Oxidative Coatings

Student:

Iveta Krušová

Vedoucí bakalářské práce:

doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Ostrava 2016

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

Zadání bakalářské práce

Student: **Iveta Krušová**
Studijní program: B2341 Strojírenství
Studijní obor: 2303R002 Strojírenská technologie
Téma: Studium vlastností oxidických povlaků
Study of Properties Oxidative Coatings
Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

1. Prostudujte technologii tvorby a vlastností ochranných oxidických povlaků.
2. Prostudujte současný stav využití oxidických povlaků ve výrobě.
3. Navrhněte metodiku experimentálních prací.
4. Proveďte experimentální práce a zpracujte technickou zprávu.

Seznam doporučené odborné literatury:

MOHYLA, M.: *Technologie povrchových úprav kovů*. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 2006. 3. vydání. 156 s. ISBN 80-248-1217-7.

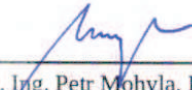
BURAKOWSKI, T., WIERZCHOŃ, T.: *Surface Engineering of Materials*. CRC Press LLC, 1999. 592 s. ISBN 0-8493-8225-4.

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.**

Datum zadání: 11.12.2015

Datum odevzdání: 16.05.2016



doc. Ing. Petr Mohyla, Ph.D.
vedoucí katedry



doc. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.
děkan fakulty



Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracovala samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedla jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 16. 5. 2016


Krušová

podpis studenta

Prohlašuji, že

- jsem byla seznámena s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména §35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a §60 - školní dílo.
- беру на ве́доміі, же Высoкá škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB-TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že bakalářská práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo - bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohou jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- беру на ве́доміі, же odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě: 16.5.2016


.....

Podpis

Jméno a příjmení autora práce: Iveta Krušová

Adresa trvalého pobytu autora práce: Vyšehoří 40, 789 01 Zábřeh

ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

KRUŠOVÁ, I. *Studium vlastností oxidických povlaků: bakalářská práce*. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2016, 54 s. Vedoucí práce: Podjuklová, J.

Bakalářská práce se zabývá studiem vlastností oxidických povlaků. V úvodu je malý pohled do historie těchto povrchových úprav. Dále jsou popsány předběžné úpravy nezbytné ke správnému nanesení povlaku. Následuje technologický postup černění. Jedna kapitola je věnována chybám při nanášení oxidické vrstvy a způsobům, jak těmto chybám předcházet nebo je opravit. Praktická část je zaměřena na vlastnosti povlaku. Zkoumá správný postup nanášení, chování oxidické vrstvy na neodmaštěném a neočištěném substrátu, dále pak na substrátu správně připraveném. Bylo provedeno měření hmotnosti, zkouška prašnosti, kalotest a antikorozní vlastnosti byly zkoušeny vložením do korozní komory. Všechny výsledky byly zaznamenány do tabulek a pro názornost jsou doplněny fotografiemi zachycujícími průběh celého experimentu.

ANNOTATION OF BACHELOR THESIS

KRUŠOVÁ, I. *Study of Properties Oxidative Coatings: Bachelor Thesis*. Ostrava: VŠB - Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2016, 54 p. Thesis head: Podjuklová, J.

This bachelor thesis deals with the study of oxidative coatings properties. The introduction is a small look into the history of these finishes. The pre-treatment necessary for the correct application of the coating were described in following chapter. Furthermore, the blackening technological process was performed. One chapter was devoted to errors in the application of oxide layers and ways to prevent these errors. The practical part is focused on the properties of the coating. Subsequently, within the practical part the correct application process, the behaviour of oxide layer on dirty substrate, and properly prepared substrate were examined. The weight and dustiness were measured and anticorrosive properties were tested by inserting into the corrosion chamber. All results were recorded in tables and refilled by photographs depicting the entire experiment for clarity.

Obsah

Seznam použitých značek a symbolů	7
ÚVOD	8
1. ÚPRAVY SUBSTRÁTU PŘED APLIKACÍ POVLAKŮ	9
1.1. MECHANICKÉ ÚPRAVY SUBSTRÁTU	9
1.1.1. Otryskávání	9
1.1.2. Broušení, leštění a kartáčování	11
1.2. CHEMICKÉ ÚPRAVY SUBSTRÁTU	12
1.2.1. ODMAŠTĚNÍ.....	12
1.2.2. MOŘENÍ.....	16
2. OXIDICKÉ POVLAKOVÁNÍ – ČERNĚNÍ OCELI.....	19
2.1. ALKALICKÉ ČERNĚNÍ	19
2.1.1. Chemický průběh alkalického černění	20
2.1.2. TECHNOLOGIE ČERNĚNÍ – udržování lázně.....	20
2.1.3. Základní složky alkalických roztoků - ALKALICKÉ SOLI.....	22
2.1.4. CHYBY V OXIDICKÉ VRSTVĚ A JEJICH OPRAVA	24
2.1.5. DOKONČENÍ ČERNĚNÍ	26
2.2. KYSELÉ ČERNĚNÍ.....	27
Černění zbraní zastudena.....	27
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST PRÁCE.....	28
3.1. METODIKA EXPERIMENTÁLNÍCH PRACÍ	28
Úpravy před nanesením oxidické vrstvy:	28
Nanesení oxidické vrstvy:.....	28
Zkoušení oxidické vrstvy:	28
3.2. Příprava vzorků	29
3.3. Hodnocení prašnosti	29
3.4. Odmaštění.....	31
3.5. Moření a broušení.....	32
3.6. Měření drsnosti.....	32
3.7. Měření hmotnosti	37
3.8. Alkalické a kyselé černění.....	40
3.9. Zkouška křížovým řezem	42
3.10. Kalotest	43
3.11. Korozní zkouška.....	46
ZÁVĚR	50
POUŽITÉ ZDROJE:.....	52

Seznam použitých značek a symbolů

ZNAČKA

NaOH

NaNO₃

KNO₃

NaNO₂

H₃PO₄

H₂SO₄

pH

Ra

Rz

Rq

Rp

Rv

Rsk

Rku

Rlo

λ_c

min

max

ČSN

EN

ISO

POPIS

Hydroxid sodný

Dusičnan sodný

Dusičnan draselný

Dusitan sodný

Kyselina fosforečná

Kyselina sírová

Stupnice kyselosti a zásaditosti

Střední aritmetická úchylka

Největší výška profilu

Průměrná kvadratická úchylka

Největší výška výstupku

Největší hloubka prohlubně

Šikmost profilu (součinitel asymetrie)

Špičatost profilu

Rozvinutá délka profilu

Filtr profilu

Minimální hodnota

Maximální hodnota

Česká státní norma

Evropská norma

Mezinárodní norma

ÚVOD

Studium povrchových úprav v sobě zahrnuje velké množství informací a souvisí s mnoha obory. V dnešní době, kdy se technologie a požadavky na kvalitu a vlastnosti povrchu neustále mění, je třeba vyvíjet stále nové a zlepšovat stávající způsoby povrchových úprav. Cílem není vždy pouze ochrana proti korozi, ale i pozitivní změna vlastností daného povrchu. Důležitou roli v celé této problematice hrají předběžné úpravy, mezi které se řadí zejména odmaštění a moření, kdy se z povrchu odstraňuje nežádoucí rez, okuje, ale i prach a mastnota. Bez těchto předúprav by nebylo možné nanést kvalitní povlak odpovídajících vlastností. Při volení vhodného povlaku je také třeba věnovat pozornost okolním vlivům, kterým bude předmět vystaven.

Povrchové úpravy za sebou mají bohatou historii. Už u archeologických vykopávek lze pozorovat snahu člověka zlepšit vlastnosti, konzervovat, anebo jen esteticky vylepšit povrchy různých předmětů. Vývojem si prošlo i oxidické povlakování tzv. brunýrování, přičemž lze konstatovat, že technologický postup se z velké části nezměnil. Už zbraně, které se zachovaly z dřívějších dob, mají hlavně černé, pokryté ochranným povlakem tvořeným směsí oxidů. Puškaři nejdříve znali pouze černění kyselé, později, v průběhu 2. světové války se vyvinulo i černění alkalické, které ovšem nedosahuje takových kvalit.

Černění kovů se v dnešní době používá hlavně ve zbrojařském průmyslu, při výrobě optických přístrojů a jako povrchová úprava předmětů, které nejsou vystaveny vnějším vlivům nebo pracují v prostředí, které je chrání. Nejčastěji se jedná o pohyblivé části strojů a hřídelí, ponořené do oleje či jiného maziva, jelikož v dnešní době nejvíce používané alkalické černění nemá takové antikorozi vlastnosti jako má ustupující, nákladné černění kyselé.

Jedná se o tenkou vrstvu oxidů, kterou díky jejím ochranným vlastnostem lze nazvat povlakem. Výhodou je tloušťka, která se pohybuje pouze kolem 1 μm , tudíž nám nemění rozměry součástí.

1. ÚPRAVY SUBSTRÁTU PŘED APLIKACÍ POVLAKŮ

Před černěním je nutné provést předběžné úpravy, abychom zamezili tvorbě vad a nedokonalostí. Na povrchu každé součásti jsou ulpělé nečistoty (mastnota, prach, rez, okuje apod.), které je třeba odstranit. [1] [5]

1.1. MECHANICKÉ ÚPRAVY SUBSTRÁTU

1.1.1. Otryskávání

Otryskávání je mechanická úprava povrchu kovu. Je možné ji použít jako předúpravu nebo i konečnou úpravu povrchu. Při této metodě dopadají na otryskávanou součást různé materiály, které odstraní rez, okuje a jiné nečistoty a zároveň dosáhneme požadovaných mechanicko-fyzikálních vlastností. Silná deformace v povrchových vrstvách vyvolá aktivitu povrchu. Aktivita nám významně ovlivňuje přilnavost povlaku k základnímu materiálu. [1]

Pokud se do brusiva přidá voda, povrch se více vyhladí – tzv. hydrofiniš. [1]

Otryskávací materiály

Otryskávací materiál se volí podle povrchu, znečištění, druhu materiálu, tloušťky stěn (u tenkostěnných součástí je nutné zvolit nižší tlak, jemnější materiál). Pokud použijeme kulatý prostředek, dosáhneme povrchu, který bude pokryt kulovými vrcholky. Musíme ovšem počítat s tím, že může dojít k zatlačení nečistot do základního materiálu. [1] [5]

Při použití ostrohranného materiálu je povrch drsný, pokrytý záseky, které nejsou rovnoměrné. Dochází také k úběru materiálu na otryskávaném předmětu. [1]

Nejčastěji používané: [1]

- Křemičitý písek – křemičitý písek je ve většině zemí Evropské unie zakázán. Proto mnoho firem vyrábí jeho náhradu v podobě materiálů, které mají podobné vlastnosti, ale nejsou tak prašné, tudíž se zmenšuje riziko silikózy, které je u křemičitého písku velice vysoké.
- Litinová drť – je mnohem trvanlivější než křemičitý písek
- Sekaný drát – je velice pevný – 160 MPa, je ještě hospodárnější než litinová drť
- Balotina = skleněné kuličky – z pravidla se používají pouze k doleštění po předchozím tryskání jiným materiálem
- Speciální materiály



Obr. 01 – tryskácí materiály [8]

1.1.2. Broušení, leštění a kartáčování

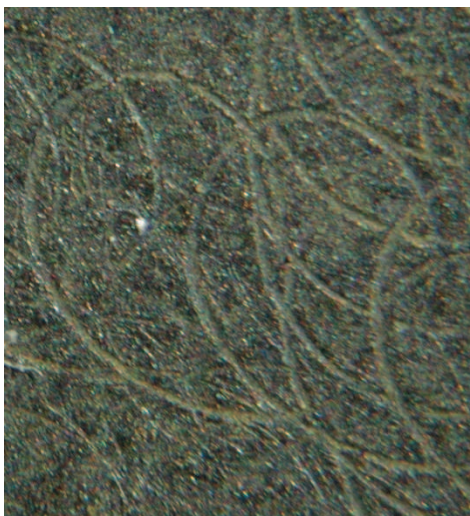
Je třeba si uvědomit, že oxidické povlaky kopírují strukturu povrchu. Proto se doporučuje součást před brunýrováním vyleštit, zbavit různých vrypů, škrábanců apod.

Broušením se postupně odebírá materiál a tím se odstraní hrubé nerovnosti. Snažíme se dosáhnout povrchu, který drsností vyhovuje galvanickému pokovování a nanášení povlaků. Broušení se provádí kotouči nebo pásy, na kterých jsou nalepeny brusné částice. Brusné kotouče se vyrábí z plsti, dřeva nebo látky. Druh kotouče má velký vliv na výslednou leštěnou plochu. Volí se podle materiálu předmětu, rovinnosti a složitosti leštěné součástky. Dalším důležitým parametrem je zrnitost brusiva. Čím hrubší brusivo použijeme, tím bude broušení hrubší a úběr bude větší. Jemnozrnným brusivem povrch předleštíme a vyhladíme. Pokud chceme součást pouze vyleštit, použijeme látkové nebo plstěné kotouče ovšem bez nalepeného brusiva. Leštit lze základní materiál i galvanické povlaky. [1] [6]

Brusné pásy jsou papírové, které se hodí k broušení rovinných ploch a textilní, používané k broušení složitějších tvarů. Údržba pásů je jednodušší a rychlejší. Orientace a struktura zrn je stejnoměrná. [1]

Při leštění i broušení se používá speciálních past a suspenzí. Ty zmenšují tření a pomáhají nám dosáhnout požadovaného vzhledu. [1]

Kartáčování se používá k odstranění hrubších nečistot, ke sjednocení broušeného povrchu a ke zbavení oxidické vrstvy, která vzniká po broušení. Kartáče mohou být s ocelovými dráty, s jemnými dráty, s přírodními i umělými vlákny (fíbr, sisal, silon, žíně). [1] [6]



Obr. 02 – vzorek načerněný po broušení (zvětšení 25x)

1.2. CHEMICKÉ ÚPRAVY SUBSTRÁTU

1.2.1. ODMAŠTĚNÍ

Odmašťování patří k chemickým úpravám povrchu. Odmašťovací látky reagují s nečistotami ulpělými na povrchu. Dochází k odstranění nejen tuků a olejů, ale i k odstranění organických nečistot a prachu.

Velice důležité je povrch řádně odmastit. Pokud by na součásti zůstaly zbytky mastnoty, povlak by byl nerovnoměrně barevný, vytvářely by se na něm skvrny, nebo by se zhoršily jeho požadované vlastnosti.

Povrch lze odmastit několika způsoby: [1]

- V alkalických roztocích
- V organických rozpouštědlech
- Elektrolytickým odmašťováním
- V neutrálních roztocích
- Emulzním odmašťováním
- Opalováním
- Vysokotlakým kapalným odmašťováním

ODMAŠTĚNÍ V ALKALICKÝCH ROZTOCÍCH

Jedná se o nejrozšířenější způsob odmaštění. Odmašťování lze provést postřikem nebo ponorem.

Při odmašťování rostlinných a živočišných tuků dochází ke zmýdelňování (mastné kyseliny přejdou do roztoku v podobě rozpustných mýdel). Je třeba mastnotu, která se hromadí na povrchu roztoku odstraňovat, aby nedošlo k opětovnému znečištění součásti při vynořování. [1]

V případě minerálních mastnot ke zmýdelnění nedochází. Odmašťování probíhá za zvýšené teploty. Účinnost odmašťování můžeme zvýšit přidáním aktivních látek. [1]

Příprava lázně

Vana se naplní vodou do 1/2. Je nutné použít měkkou vodu, protože vápenaté složky zmenšují účinnost lázně. Podle koncentrace se odměří odmašťovací prostředek. Voda se ohřeje na 80 °C - 100 °C. Odmašťovací přípravek se přidává po malých dávkách postupně, po rozpuštění předchozí dávky. Po úplném rozpuštění se doplní obsah vany vodou na požadovaný objem a lázeň se znovu promíchá. Lázeň se ohřeje na pracovní teplotu a začne cirkulovat. [6]

Údržba lázně

Během odmašťování se doplňuje odpařená voda. Doplňuje se opět měkká voda. Při odmašťování dochází k chemickým reakcím a tím se spotřebovává odmašťovač. Proto je nutné doplňovat i odmašťovací prostředek. Před zahájením práce je důležité sbírat mastné látky, které vyplavaly na hladinu. [6]

Při delším provozu, kdy dochází k emulgaci a dispergaci tukových složek, je třeba lázeň vyměnit. V tomto případě nepomůže ani přídavek odmašťovadla. [6]



Obr. 03 - Vany pro alkalické odmašťování a následný oplach

ORGANICKÉ ODMAŠŤOVÁNÍ

Organické odmašťování bylo velice účinné, ovšem upustilo se od něj kvůli jeho negativnímu vlivu na životní prostředí. [5]

ELEKTROLYTICKÉ ODMAŠŤOVÁNÍ

Účelem elektrolytického odmaštění je odstranění zbytků nečistot po hrubém odmaštění, kdy na povrchu lpí už jen velmi malé (monomolekulární) vrstvy mastnoty a nečistot. Zařazuje se jako konečné odmaštění před povrchovými úpravami. Nároky na elektrolytické odmaštění jsou mnohem vyšší než na hrubé odmaštění. Lze konstatovat, že elektrolytické odmaštění je alkalické odmaštění, při němž se používá elektrický proud. Jednotlivé složky elektrolytických solí působí stejně jako alkalické odmašťovače. Kromě toho elektrický proud působí mechanicky tím, že se na elektrodách uvolňují plyny - na katodě vodík a na anodě kyslík. Tlak plynů pomáhá odtrhávat nečistoty vázané adhezními silami. Nejčastěji se používají soli bezkvanidové, vhodné pro katodické i anodické odmašťování. Elektrolytické odmaštění probíhá v ocelových vanách vyložených sklem. [1] [6] [7]

Nekvalitní odmaštění může být způsobeno použitím málo účinné lázně, nevhodným zvolením proudu, teploty, koncentrace apod. Nevhodně zvolené podmínky se mnohdy projeví až po nanesení povlaku. [6]

Anodické odmašťování

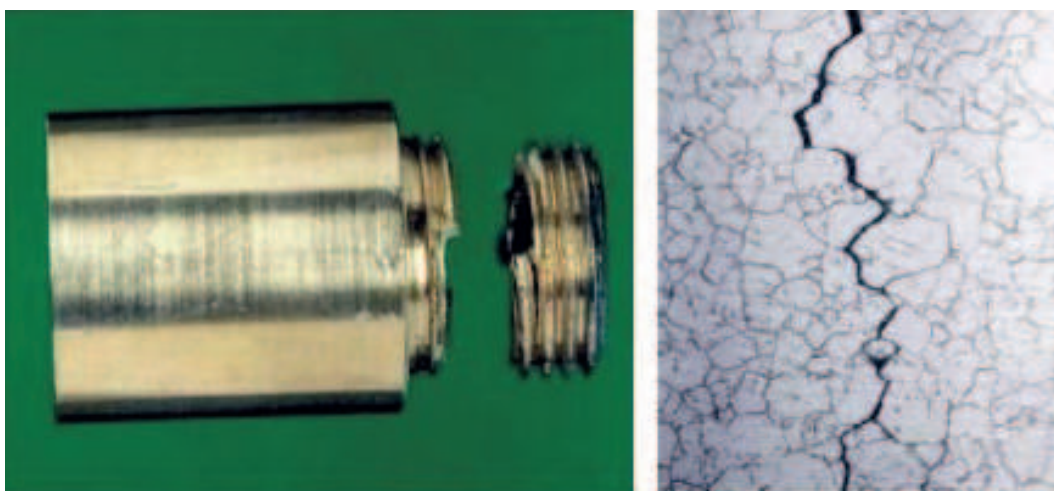
Použití anodického odmaštění je vhodné u materiálu, u kterého klademe velké nároky na mechanické vlastnosti. Při tomto procesu totiž nedochází ke vzniku vodíkové křehkosti. Při odmašťování mechanicky působí vyvíjející se kyslík a dochází také k naleptání povrchu, což nám může pomoci při přilnutí povlaku. Z tohoto důvodu však není proces vhodný pro odmaštění litiny. Nevýhodou ovšem je, že kyslík nemá takovou mechanickou účinnost a může způsobit oxidaci mastných nečistot a mohlo by dojít i k oxidaci kovu. [6]

Katodické odmašťování

Katodické odmaštění má větší mechanický účinek, je tedy účinnější než odmaštění anodické. Pokud použijeme stejný proud jako u anodického odmaštění, bude se na katodě vyvíjet dvojnásobné množství vodíku než na anodě kyslíku. Největší nevýhodou katodického odmaštění je vodík difundující do povrchu materiálu a způsobující vodíkovou křehkost. Další nevýhodou je vylučování kovových nečistot zejména z elektrod a použitých chemikálií. Nečistoty se mohou usazovat na odmašťovaný předmět a zhoršit přilnavost povlaku. U součástí ze zinku, olova, cínu a mědi je třeba počítat s korozí spojenou s místně zvýšenou alkalitou v katodovém prostoru. [6]

Kombinace katodického a anodického odmašťování

Při katodicko-anodickém odmaštění se snažíme využít výhod obou zapojení. Často se označuje jako bipolární odmaštění. Provoz probíhá tím způsobem, že po katodickém odmaštění dojde k přepólování na odmaštění anodické. Hlavní odmaštění se provádí při katodickém zapojení. Anodické zapojení trvá jen asi 30 sekund, aby se rozpustily vyloučené nečistoty a mírně se naleptal povrch součásti. Pokud neodmašťujeme barevné kovy, probíhají obě operace v jedné vaně. V případě, že bychom použili i na barevné kovy jednu vanu, došlo by po odleptání při katodickém cyklu k vyloučení kovu na odmaštěný předmět. Kov by na součásti vytvořil film. [6] [1]



Obr. 04 – důsledek vodíkové křehkosti [9]

1.2.2. MOŘENÍ

Při moření se odstraňuje rez a okuje (oxidické nečistoty) chemicky. Pokud na oxidy působí kyselina nebo louh, stanou se z nich rozpustné soli, které lze smýt vodou. [1]

Mořit lze: [1]

- V kyselině sírové
- V kyselině solné
- V kyselině fosforečné
- V parách chlorovodíku
- V taveninách – hydroxid sodný s přídavkem hydridu sodíku

MOŘENÍ V KYSELINĚ SÍROVÉ

Při moření ocelí v kyselině sírové se používá roztok o koncentraci 8 – 14 %. Moření probíhá za teploty 60 °C – 80 °C. Během procesu se v lázni zvyšuje obsah železa a dochází k vyčerpání lázně. Je tedy nutné průběžně lázeň upravovat. Během moření v kyselině sírové se rozpouští kyslíčníky železa, naleptává se povrch a uvolněný vodík ve formě bublinek napomáhá odtržení oxidické vrstvy. [1] [5]

Vodík při moření nejen napomáhá, ale může rovněž způsobit vodíkovou křehkost. K té dochází difuzí vodíku do oceli. Může dojít ke zkřehnutí a praskání oceli. Jeho přítomnost můžeme pozorovat i u aplikaci povlaků, nejčastěji sklokeramických, kdy napomáhá tvorbě některých vad. Vodík lze z oceli odstranit popouštěním. [5]

Příprava lázně

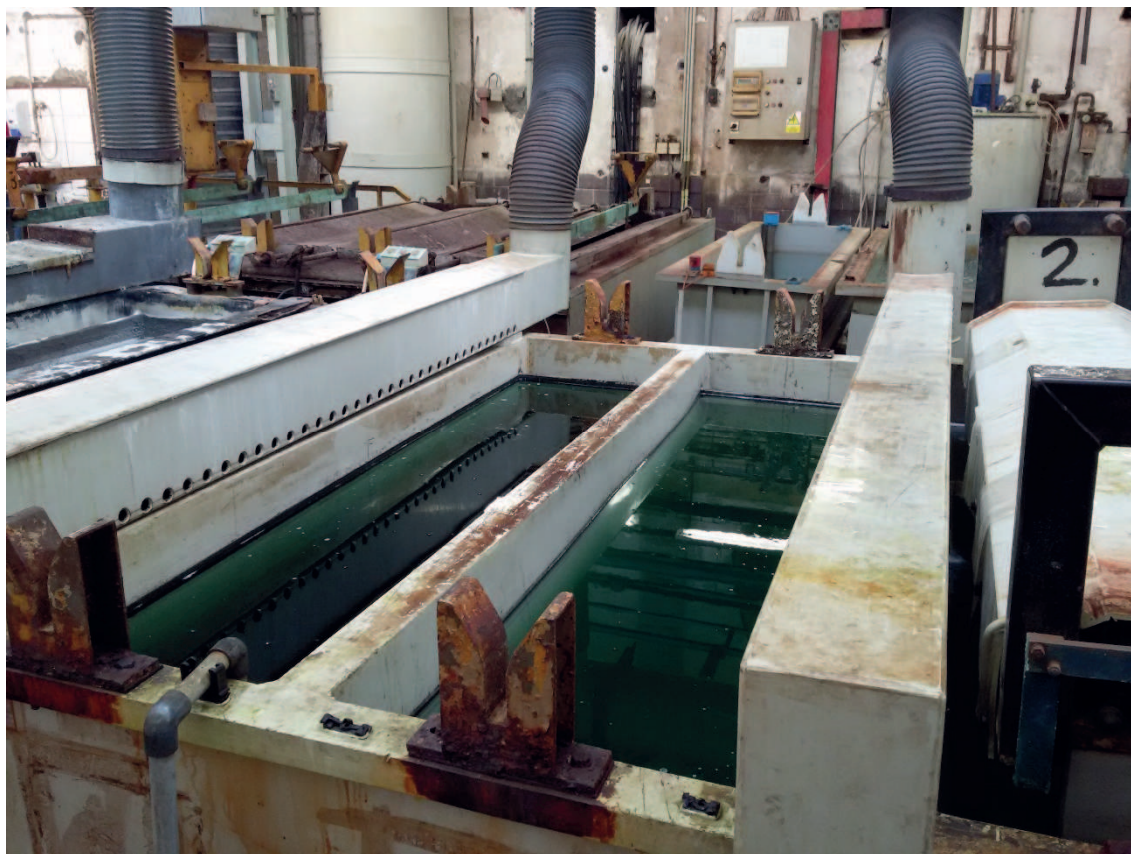
Do vany se napustí studená voda asi do $\frac{3}{4}$. Za stálého míchání se začne přilévát koncentrovaná kyselina sírová. Míchání je velice důležitý proces, jelikož by mohla lázeň vypěnit. Po přilítí požadovaného množství kyseliny se celý obsah ještě jednou řádně promíchá. [6]

Udržování lázně

Během moření je nutné pravidelně kontrolovat obsah volné kyseliny a železa. Dále je třeba dolévat odpařenou vodu, aby se zachoval požadovaný poměr. [6]

MOŘENÍ V KYSELINĚ SOLNÉ (CHLOROVODÍKOVÉ)

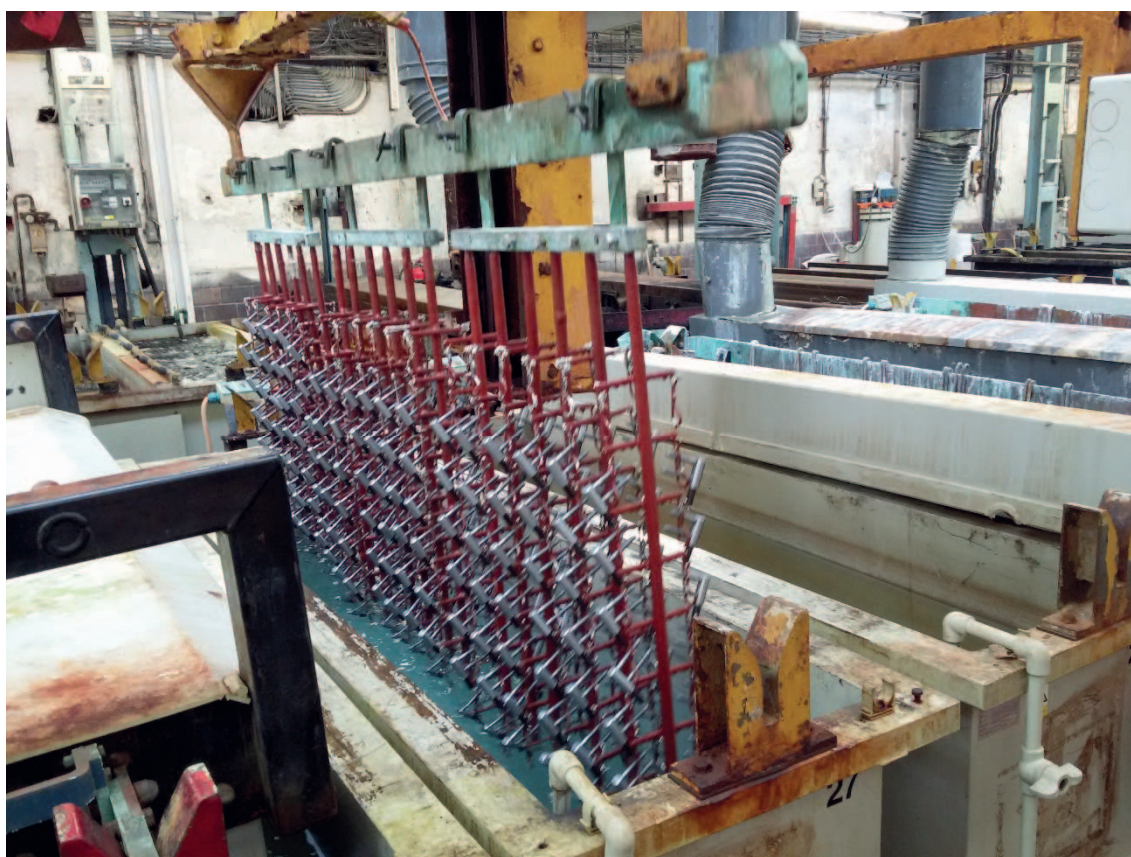
Moření v kyselině chlorovodíkové probíhá za pokojové teploty při koncentraci asi 15%. Je ovšem nutné dávat pozor na výpary z lázně a tento problém řešit odsáváním. Ve srovnání s H_2SO_4 je rozpouštění oxidů rychlejší a rovnoměrnější. [5]



Obr. 05 - Vany pro moření v kyselině solné

MOŘENÍ V KYSELINĚ FOSFOREČNÉ

Princip odstraňování oxidických nečistot je stejný jako při použití kyseliny sírové. Při moření v kyselině fosforečné dochází zároveň k pasivaci oceli, k odmaštění a na rozdíl od předchozích kyselin nedochází ke korozním výparům. Je nutností dávat pozor na nebezpečí koroze, kterou vyvolává kyselina fosforečná při teplotě nad 80 °C. Proto se moření provádí při teplotě 60 °C – 80 °C, kdy je proces nejefektivnější. Koncentrace se používá 15%. Nevýhoda použití H_3PO_4 spočívá v její nehospodárnosti. Cena kyseliny je vysoká a její využitelnost velice nízká. Tento problém se řeší regenerací, při níž se železo rozpuštěné v lázni zachytává a kyselina cirkuluje mezi mořicí lázní a regenerační stanicí. Na odstranění železa se používá kyselina sírová. [1] [5]



Obr. 06 - Noření součástí do mořicího roztoku

2. OXIDICKÉ POVLAKOVÁNÍ – ČERNĚNÍ OCELI

Jedná se o chemickou povrchovou úpravu kovu, která se nejčastěji používá ve zbrojařském průmyslu k úpravě hlavní i jiných součástí, při výrobě optických, měřicích přístrojů, ventilů, součástí kol, vrtáků, fréz, čelistí, sklíčidel, šroubů, podložek, ... [3]

Při chemických reakcích součástí s roztokem se na povrchu tvoří tzv. konverzní povlaky. Při těchto úpravách dochází k oxidaci – tvorbě oxidických povlaků. Oxidický povlak se tvoří na povrchu kovu. [1]

Povlak vykazuje dobré otěruvzdorné vlastnosti, jeho výhodou je i estetická stránka. Má sytou, tmavě-modrou až černou barvu podle složení roztoku a době působení roztoku. Vrstva povlaku je velmi malá, velikost součástí se tedy nemění. Korozivzdornost je však velmi nízká, proto se používají vhodné konzervační prostředky. [2]

2.1. ALKALICKÉ ČERNĚNÍ

Alkalické černění neboli brunýrování (z německého slova *brünieren*) probíhá v lázni, která obsahuje nejčastěji hydroxid sodný a dusitan sodný. Lázeň má hustotu 1,4 - 1,6 kg/l. Při černění v alkalických roztocích působí koncentrovaný hydroxid sodný na kov za přítomnosti oxidační látky. Povlak se začíná tvořit na ocelovém povrchu jako jehličkovité krystalky – krystalizační zárodky. Čím je povrch homogennější a jemnější, tím se tvoří více krystalizačních zárodků, které se rozrůstají, dokud neutvoří souvislý povlak. Množství a velikost zárodků závisí na množství oxidovadel v lázni a tím pádem má vliv na tloušťku utvořené oxidické vrstvy. [1] [2] [3] [7] [10]

Intenzita barvení závisí na druhu základního kovu, jeho tepelném zpracování, povrchových úpravách přednanesením povlaku (mechanické přípravě povrchu) a typu použitého roztoku. Pokud při černění použijeme vícekoupelovou metodu, dosáhneme lepších výsledků, jelikož se asi po 30 minutách povlak přestává tvořit a tloušťka povlaku se nemění. Při použití vícekoupelové metody dosáhneme větší vrstvy a lepších vlastností povlaku. Tato metoda se provádí ve dvou nebo třech oddělených vanách, které obsahují roztok s různým bodem varu. Nejčastěji je v každé následující teplota o 5 °C vyšší než v předchozích. Mezi jednotlivými lázněmi se provádí oplach ve studené vodě. [10]

Vzhled černěné součásti závisí zejména na předcházející mechanické úpravě povrchu. Pokud chceme docílit matného povrchu, použijeme otryskávání, případně hydrofinišování. Pro lesklý povrch je nezbytné předchozí leštění nebo omílání. Jak již bylo zmíněno, je nutné

odstranit vrypy, škrábance a další místní zdrsňení, jelikož brunýrováním se tyto chyby nezakryjí, ale naopak vyniknou. Tato technologie není vhodná pro aplikaci na součástky, na kterých jsou spoje pájené cínem, jelikož by došlo k jejich narušení. [3] [6] [7]

2.1.1. Chemický průběh alkalického černění

Při působení hydroxidu sodného a oxidovadel se začne při teplotě varu rozpouštět železo a vzniká sůl železnatá – železnatan sodný. Železnatá sůl oxiduje na sůl železitou za pomoci dusičnanu sodného a dusitanu sodného. Železnatá a železitá sůl na sebe vzájemně působí a vytváří přesycený roztok oxidu železnato-železitého, který začne krystalovat na povrchu předmětu a vytvoří požadovaný černý povlak. Tenká vrstva kysličníků a hydroxidů železa se tvoří za teploty okolo 130 °C – 145 °C (tzn. na bodu varu) v závislosti na materiálu po dobu 5 až 30 minut. Jelikož černění probíhá za vyšších teplot, nazývá se také alkalické černění zatepla. [7] [10]

2.1.2. TECHNOLOGIE ČERNĚNÍ – udržování lázně

Alkalické černění je vhodné pro sériovou výrobu, jelikož lze jednotlivé operace mechanizovat, čímž proces výrazně urychlíme a potřebné náklady snížíme. [10]

Před ponorem musí být součást zbavená všech nečistot a mastnoty, doporučuje se její aktivace ve vodném roztoku kyseliny chlorovodíkové. Po aktivaci následuje oplach a samotné černění. [3]

Černění probíhá v nerezových vanách, které musí být zahřívány. Používají se topná tělesa nebo vytápění plynem. Teplota lázně se musí pravidelně kontrolovat. Většina černicích zařízení je vybavena vlastním regulátorem teploty. Kontrola se provádí pomocí teploměrů, které musí být odolné proti alkalickému působení roztoku. Z toho důvodu se používají teploměry se železným opláštěním. Kontrolu lze rovněž provést měřením hustoty, která je při určité teplotě uvedena výrobcem černicí soli. Jelikož je většina van zahřívána zespoda, musí se lázní míchat, aby nedošlo k rozdílné teplotě v určité hloubce nádoby. Teplotu lázně lze korigovat přidáním soli, kdy se teplota zvýší nebo přidáním vody, kdy dojde k jejímu snížení. Musí být zachována potřebná koncentrace. Velký pozor je nutné dávat u rozměrově velikých součástí, jelikož by se po jejich ponoření lázeň mohla ochladit a nedosahovala by požadované teploty. Pokud jsou předměty zavěšeny na stojanech či jinak uchyceny, je třeba dávat pozor na místa závěsu, kam by se roztok nemusel dostat, a mohlo by dojít k nesteromnému nanesení povlaku. V tomto případě se součásti otáčejí.

Rychlost jejich pohybu však nesmí být příliš velká, aby nedošlo k poškození vytvářené vrstvy. [3]

Jelikož se lázeň udržuje kolem bodu varu, dochází k vypařování vody. Obsah soli se také snižuje – lázeň se vyčerpává. Proto je třeba podle potřeby přidávat vodu nebo černicí sůl. Pokud by obsah vody poklesl pod určitou mez a koncentrace lázně by se zvýšila, docházelo by k rozpouštění již vzniklého povlaku. Při teplotě nad 170 °C by se povlak netvořil vůbec. K doplňování potřebných přísad dochází za stálého míchání a pracovník musí být vybaven ochranným oděvem. Je nutností dbát zvýšené opatrnosti při dolévání studené vody do vroucího roztoku. Mohlo by dojít k náhlému uvolnění par (tzv. výbušnému odpaření), tím pádem i k vydatnějšímu varu a k vystříknutí kapaliny z černicí vany. Proto se voda dolévá po stěně nádrže nebo seškraceným přítokem, aby došlo k pomalému naředění. Totéž může nastat i po přidání soli, při němž dochází k uvolnění velkého množství tepla. [3] [10]

Oxidovadla, která nám při tvorbě povlaku pomáhají, se musí udržovat na určité mezí. Při zvýšení jejich koncentrace by se zmenšila vrstva oxidického povlaku. Je třeba si uvědomit, že objem roztoku ve vaně ubývá také v důsledku ulpívání na povlakovaných součástech. Z tohoto důvodu se často pro doplnění používá voda po prvním oplachu, která obsahuje zbytky oxidačního roztoku. [10]

Během černění se na povrchu tekutiny tvoří pěna. Tu je třeba postupně odstraňovat, aby se povrch součásti neznečistil zejména při vymořování. Stejnou pozornost věnujeme i tvorbě kalu. Pokud do lázně noříme velké součásti, je nepřípustné, aby jejich spodní strana byla v kontaktu s kalem na dně vany. Kal při správných podmínkách vzniká pouze v malém množství. Po určité době se musí z nádrže odebrat. Odebírání probíhá za vyšší teploty, aby se spolu s kalem neodstranil i NaOH ve formě krystalů. Nejčastěji se lázeň odkaluje při teplotě asi 120 °C. Další možností je odstranění kalu při celkové výměně roztoku. K tomuto procesu nedochází příliš často. Pokud se používá vana vyhřívána elektrickým proudem, je důležité odstranit kal z topných těles, aby nedocházelo k horšímu šíření tepla. Dojde - li k celkové výměně lázně, je nutné ji ustálit – zapracovat reakční produkty. Proto se v čerstvé lázni povlakují předměty s nižšími požadavky na kvalitu. [3] [10]

Vliv množství hydroxidu sodného

Koncentrací hydroxidu sodného můžeme ovlivňovat tloušťku povlaku. Při překročení určité hranice může průběh černění negativně ovlivnit. Pokud množství hydroxidu sodného posune bod varu lázně na 170 °C, přestane docházet k tvorbě oxidačního povlaku. V takto silně koncentrované lázni se reakce mezi solí železnatou a železitou zpomalí a vzniklý oxid se v lázni rozpustí. V praxi proto teplota varu nepřekračuje 150 °C. Výjimkou je černění legovaných ocelí s velkým obsahem chromu a niklu, kdy se na 1 l vody přidává 850 – 950 g hydroxidu sodného. [10]

Vliv množství oxidovadla

Množství oxidovadel ovlivňuje rychlost tvoření povlaku, ztrátu kovu rozpouštěním i vlastnosti povlaku - odstín a tvrdost. Jako oxidovadlo se do lázně přidává dusičnan sodný (NaNO_3), dusičnan draselný (KNO_3) nebo dusitan sodný (NaNO_2). S množstvím oxidovadel vzrůstá rychlost oxidace. Důsledkem tohoto jevu se tvoří tenká vrstva povlaku během krátkého času. Při nedostatečném množství oxidovadel v lázni by byl povlak mnohem tlustší. Změnily by se i jeho vlastnosti, byl by málo pevný. Kromě koncentrace je rovněž důležitý druh použitého oxidovadla. Dusičnan sodný nebo draselný způsobí černý, matný povlak. Pokud použijeme dusitan sodný, bude povlak leskle černý s tmavě modrým odleskem. [10]

2.1.3. Základní složky alkalických roztoků - ALKALICKÉ SOLI

Alkalická neboli černicí sůl je pevná či sypká látka většinou složená z hydroxidu sodného a dusitanu nebo dusičnanu sodného. Alkalická sůl patří mezi žíravé látky. Zacházení s ní vyžaduje zvýšenou opatrnost a dodržování všech bezpečnostních pokynů. [5] [3]

Jelikož soli obsahují hydroxid sodný, při styku s kůží, očima nebo sliznicemi působí jako žíravina. Při poleptání je nutné zasaženou část vymývat čistou vodou a vyhledat lékařskou pomoc. Ze solí se mohou uvolňovat i páry. Po jejich vdechnutí je bezprostředně nevyhnutelné lékařské ošetření. Firmy, které vyrábí černicí soli, se snaží zajistit co nejmenší unikání hydroxidů. I přesto se musí zacházet s lázní opatrně a pracoviště dobře odvětrávat. [5] [3]



Obr. 07 – výrobky po černění a konzervaci



Obr. 08 – výrobky po černění a konzervaci

2.1.4. CHYBY V OXIDICKÉ VRSTVĚ A JEJICH OPRAVA

Nedostačující, částečné, lehce červené vybarvení

Tato vada je nejčastěji způsobena nízkou teplotou lázně nebo slabou koncentrací. Je potřeba odpařit vodu, nebo přidat do roztoku více soli. [3]

Rezavá až zelená barva

Zabarvení do rezava, které může přecházet do zelena, způsobuje vysoká teplota varu nebo vysoká koncentrace lázně. Odstranění zabarvení probíhá přilitím vody – zředěním. [3]

Hnědá barva

Může poukazovat na vysoký obsah kalu. V takovém případě je třeba kal odstranit. [3]

Nános podobný rzi, který lze snadno setřít

Tyto nánosy se často nevyskytují. Vznikají jen u odlitků z litiny a u výrobků, které byly cementovány. Při odstraňování se teplota zvyšuje pouze v přiměřené míře, aby nedošlo k červenému zbarvení. [3]

Tmavočervené zbarvení podobné rzi

Nachází se u částí s velkým obsahem křemíku, manganu a také u litin. Jedná se o tzv. přečernění způsobené nevhodnou dobou oxidace. Chybu lze opravit použitím systému dvou lázní nebo změnou černicí soli. [3]

Pokud je červené zabarvení stíratelné, je pravděpodobně způsobeno malým množstvím kyselin obsažených v lázni. V takovém případě je třeba lázeň vyměnit. [3]

Nedochází k žádnému zabarvení

Příčiny mohou být různé. K nápravě dojde silnějším mořením, lepším odmaštěním nebo změnou koncentrace lázně a dobou černění. Dalším problémem může být silné znečištění nebo vypotřebování lázně. V tomto případě je nutné lázeň vyměnit, případně změnit její složení. [3]

Tvorba světlých skvrn

Je ve většině případů způsobena nedostatečným odmaštěním nebo mořením. Dalším důvodem může být nevhodné upevnění součásti během namočení a znemožněný přístup roztoku na některé plochy. [3]

Nerovnoměrné zabarvení – podobné kapkám

Je velice pravděpodobné, že se do lázně dostaly zbytky olejů. Nejčastější příčinou je špatně provedené odmaštění nekvalitním provedením nebo volbou nevhodných přípravků. [3]

Povlak je šedé barvy

Důvodem může být příliš dlouhá doba oxidace způsobena malou koncentrací lázně. Zá vadu odstraníme zesílením lázně, aby její bod varu byl 140 °C. [7]

Sametově hnědý povlak

Do lázně se uvolňuje část železa z černěných předmětů nebo vany a přechází do lázně ve formě hydroxidu železitého. Hydroxid se následně usazuje na předmětech jako dobře přilnavý, hnědý povlak. Dalším důvodem může být nedostatek oxidačních látek v lázni. Náprava spočívá v přidání kyanidu sodného (1 kg na 100 l lázně), nebo výrobky před ponořením opláchnout v 10% roztoku kyanidu sodného. Oplach v kyanidu se provádí ve zvláštní vaně. Další možností je přidání zesilovací soli. [7]

2.1.5. DOKONČENÍ ČERNĚNÍ

OPLACH

Oplach je důležitou součástí procesu černění. Důkladným omytím je třeba odstranit všechny zbytky solí, které by mohly později vykrystalizovat. Omývání se provádí nejčastěji ve třech po sobě jdoucích nádržích. Součást musí být neustále v pohybu. Pokud chceme zvýšit účinnost, zařadíme do procesu horkou vodu nebo aplikujeme ultrazvuk. [3]

Odpadová voda, ve které jsou zbytky černicích solí, se musí před odvedením do kanalizace upravit. Musí se odstranit dusitany a upravit hodnota pH. [3]

V modernizovaných provozech se používají zařízení, která vrací oplachovou vodu do procesu udržování lázně. Dochází ke snížení množství odpadové vody a využití černicích solí přešlých do odpadové vody. Mnohdy se dá hovořit o procesu bezodpadovém, který je bezpochyby šetrnější k životnímu prostředí. [3]

2.2. KYSELÉ ČERNĚNÍ

Kyselé černění, kterému se často říká černění zastudena, je jedním z nejstarších způsobů černění kovů. Při kyselém černění vznikají povlaky kvalitnější, vyžaduje ovšem určitou zručnost, je časově náročný i nákladný. Kyselé černění se používá tam, kde nelze použít černění alkalické, zejména v případě cínem pájených spojů, např. u hlavní, ke kterým je připájena muška, dále v optickém a hodinářském průmyslu. [11]

Výhodou kyselého černění je možnost opravy poškozených míst bez odstranění starého povlaku ve zbylých částech. [11]

Roztok pro kyselé černění se skládá buď z chloridu železitého, nebo železnatého, který s kyselinou dusičnou oxiduje na chlorid železitý. Chlorid železitý s vodou a kyselinou dusičnou zlepšuje tvorbu oxidické vrstvy – hydroxidu železitého. Černění se nazývá kyselé, jelikož se do černicí lázně přidává kyselina dusičná nebo solná, která urychluje celý proces naleptáním povrchu. [11]

Existuje více způsobů, jak kyselé černění provést při zachování technologického postupu. V dnešní době lze zakoupit hotové roztoky, díky kterým lze černění uskutečnit i v domácích podmínkách. [11]

Černění zbraní zastudena

Černění hlavní je nejčastějším způsobem využití kyselého černění. Hlavně je třeba před černěním řádně očistit a odmastit. Vývrty hlavně se nakonzervují a do ústí i nábojové komory se nejčastěji zarazí dřevěné kolíky, aby se roztok do hlavní nedostal. Kolíky zabraňují zatečení roztoku, slouží i k uchycení hlavní, takže nedojde k otiskům rukou na povrchu. Kolíky se musí před použitím nakonzervovat ponořením do směsi oleje a vosku. Hlavně se poté potírají oxidačním roztokem. Aplikují se tři nátěry. Druhý a třetí je třeba provádět opatrně, aby nedošlo k setření předchozího nátěru. Natřené hlavně se nechají 10 - 16 hodin schnout. Při zasychání probíhá oxidická reakce. Po uvedené době se ponoří na 10 minut do čisté, měkké, vroucí vody. Po vyvaření se hlavně nechají oschnout a zchladnout. Po osušení se provede kartáčování drátěnými kartáči. Celý postup se opakuje třikrát až čtyřikrát za sebou. Po posledním kartáčování se hlavně konzervují. [11]

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST PRÁCE

Experimentální část se zabývá vlastnostmi oxidických povlaků. Zkoumá odlišnosti v povlaku vytvořeném alkalicky a kysele - jeho přilnavost, otěruvzdornost, antikorozi vlastnosti a vliv kvality úprav před aplikací povlaku.

3.1. METODIKA EXPERIMENTÁLNÍCH PRACÍ

Úpravy před nanesením oxidické vrstvy:

1. Příprava vzorků
2. Hodnocení prašnosti
3. Odmaštění vzorků
4. Moření a broušení vzorků
5. Měření drsnosti
6. Měření hmotnosti

Nanesení oxidické vrstvy:

7. Černění - kyselé
- alkalické

Zkoušení oxidické vrstvy:

8. Zkouška křížovým řezem
9. Kalotest
10. Korozní zkouška

3.2. Příprava vzorků

Na experimentální část práce byly použity vzorky 40x40 mm o tloušťce 2,5 mm s dírkou o průměru 3 mm, vyrobené z materiálu 11 321.

Chemické složení:

C – max 0,1%

Mn – max 0,45%

P – max 0,035%

S – max 0,035%

Na experimentální práci bylo použito 46 vzorků na černění kyselé – zastudena a 24 vzorků na černění alkalické – zatepla.

3.3. Hodnocení prašnosti

Čistota povrchu před černěním byla zjištěna podle normy ISO 8502-3. Tato norma uvádí přesný postup a použité pomůcky, díky kterým lze vizuálně - pomocí lepicí pásky vyhodnotit množství a velikost prachových částic ulpělých na povrchu. Vyhodnocení se provádí srovnáním s obrazovou přílohou normy.

Potřebné pomůcky:

- **Adhezni páska** – bezbarvá, široká 25 mm, s adhezni silou při odtrhu 190 N na metr - šířky - měřeno pod úhlem 180° podle IEC 454-2
- **Barevně kontrastní podklad** pro zobrazení
- **Váleček**

Průběh zkoušení:

- Odvinutí pásky – na každou sérii odvinout tři vrstvy pásky
- Odstřihnout pásky délky 200 mm
- Přiložení pásky – 150 mm nepoužité pásky se přilepí na zkoušený povrch
- Přitlačení pásky – - palcem přiloženým příčně na jeden konec pásky se pohybuje stálou rychlostí při stejném tlaku třikrát v každém směru (5-6 vteřin)
 - odpruženým válečkem (zatížení 39,2 N – 49 N)
- Vizuální vyhodnocení množství prachu na pásce – přilepení na kontrastní podklad a porovnání s obrázky uvedenými v příloze normy.

Pro přitisknutí lepicí pásky na povrch byla použita metoda, kdy se páska přitlačí pomocí palce. Následně se páska sloupala daným způsobem a přilepila na kontrastní podložku, v tomto případě na bílý kancelářský papír. Výsledky zkoušky byly zaznamenány do tabulky.

Tab.01 – hodnocení prašnosti - kyselé černění

nečištěné vzorky			odmaštěné vzorky			odmaštěné a obroušené vzorky		
černění kyselé			černění kyselé			černění kyselé		
VZOREK	množství prachu 1 až 5	tř. velikosti částic 0 až 5	VZOREK	množství prachu 1 až 5	tř. velikosti částic 0 až 5	VZOREK	množství prachu 1 až 5	tř. velikosti částic 0 až 5
A	2	1	1	4	1	A1	5	1
B	2	1	2	2	2	B1	5	1
C	3	2	3	3	2	C1	5	1
D	2	2	4	3	2	D1	5	1
E	4	2	5	3	1	E1	5	1
F	3	2	6	2	2	F1	5	1
G	3	2	7	2	2	G1	5	2
H	3	2	8	2	1	H1	5	1
I	4	1	9	2	1	I1	5	1
J	4	2	10	3	2	J1	5	1
K	3	2	11	2	1	K1	5	1
L	3	2	12	2	1	L1	5	1

Tab. 02 – hodnocení prašnosti – alkalické černění

nečištěné vzorky			odmaštěné a obroušené vzorky		
černění alkalické			černění alkalické		
VZOREK	množství prachu 1 až 5	tř. velikosti částic 0 až 5	VZOREK	množství prachu 1 až 5	tř. velikosti částic 0 až 5
M	3	2	M1	5	1
N	4	2	N1	5	2
O	4	2	O1	5	1
P	3	2	P1	5	1
Q	2	1	Q1	5	1
R	2	2	R1	5	1
S	3	3	S1	5	1
T	3	3	T1	5	1
U	3	2	U1	5	2
V	2	1	V1	5	1
W	2	2	W1	5	1
X	3	2	X1	5	1

3.4. Odmaštění

Kvůli zjištění vlivu předúprav na kvalitu oxidického povlaku byla na každý druh černění použita jedna sada vzorků, která byla odmaštěna a zbavena rzi i okují a jedna sada, na níž se žádné úpravy substrátu neprovedly. Při černění zastudena bylo zkoumání rozšířeno ještě o sadu, kde bylo provedeno pouze odmaštění. Při alkalickém černění by tato sada vzorků neměla žádný význam, jelikož po ponoření do alkalického roztoku, který dosahuje teploty kolem 135 °C, dojde vlivem vysoké teploty k odmaštění.

Odmaštění ostatních vzorků bylo provedeno ponorem do přípravku Simple green v koncentraci 1:50. Odmaštění probíhalo po dobu 10 minut. Před ponorem bylo změřeno pH zředěného roztoku, které bylo 10,04, přičemž pH čisté vody bylo 9,32.



Obr. 09 – přípravek pro odmaštění



Obr. 10 – přístroj pro měření pH

Po uplynutí doby odmaštění následovalo sušení při teplotě 100 °C po dobu 5 min.



Obr. 11, 12 – sušení odmaštěných vzorků v peci

3.5. Moření a broušení

Polovina vzorků na alkalické černění byla mořena v kyselině sírové podle postupu popsaném v teoretické části této práce. Tímto procesem došlo k odstranění rzi i okují a k aktivaci povrchu. V případě kyselého černění byly vzorky obroušeny, čímž se také odstranila rez a okuje.

3.6. Měření drsnosti

Drsnost byla měřena podle ČSN EN ISO 4287 drsnoměrem Mitutoyo Surftest SJ-301. Jedná se o přístroj, který je vybaven tiskárnou a displayem. Na třech vzorcích z každé sady bylo provedeno 10 měření, výsledky byly zaznamenány do tabulky a byly vypočítány maximální, minimální a průměrné hodnoty.

$\lambda_c = 0,8\text{mm}$ – filtr profilu -> rozhraní mezi drsností a vlnitostí

$l = 4\text{mm}$ – délka měřeného úseku

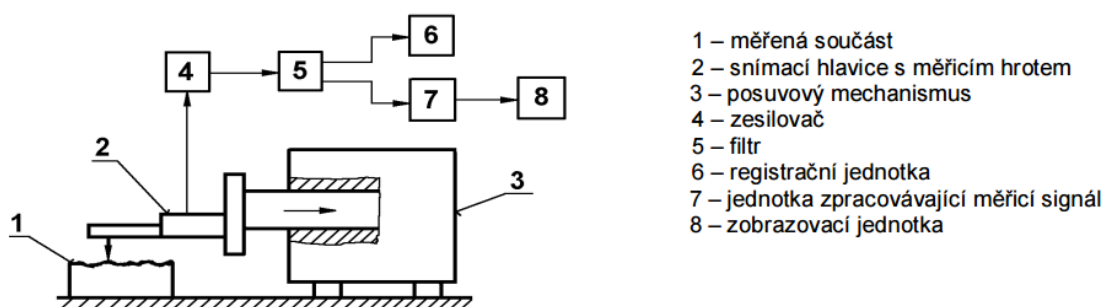


Obr. 13 - drsnoměr



Obr. 14 – mechanická část drsnoměru

Tento přístroj měří drsnost povrchu dotykem. Skládá se z mechanické a elektronické části. Mechanická část se umístí na měřený povrch, hrot se pohybuje konstantní rychlostí po povrchu a snímá nerovnosti. Elektronická část převádí mechanický signál na elektrický signál a ten následně zpracuje – zobrazí konkrétní číselné hodnoty na display. [13]



Obr. 15 – schéma drsnoměru [13]

Parametry drsnosti:

Ra – střední aritmetická úchylka

Rz – největší výška profilu

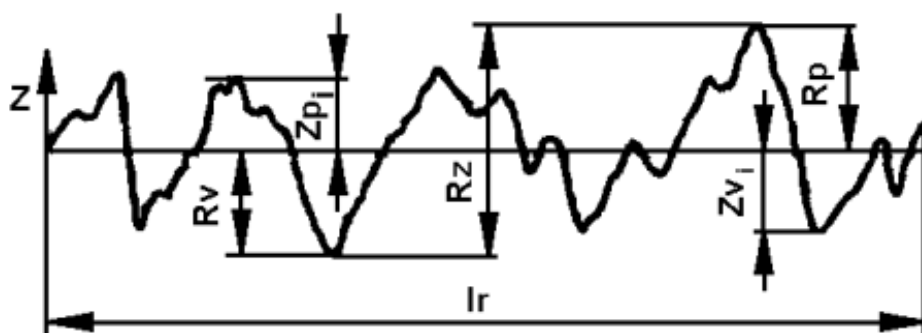
Rq – průměrná kvadratická úchylka

Rp – největší výška výstupku

Rv – největší hloubka prohlubně

Rsk – šikmost profilu (součinitel asymetrie)

Rku – špičatost profilu



Obr. 16 – parametry drsnosti [13]

Tab. 03 – drsnost – neočištěné vzorky

neočištěné vzorky								
VZOREK								
A	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	1,12	5,62	1,34	3,01	2,61	0,20	2,35	0,803
2	1,19	6,16	1,47	3,35	2,81	0,29	2,74	0,803
3	1,32	6,79	1,64	4,18	2,61	0,70	2,90	0,804
4	1,04	5,58	1,26	3,24	2,34	0,23	2,60	0,803
5	0,88	4,20	1,02	2,07	2,14	-0,07	2,02	0,804
6	1,15	8,89	1,58	5,53	3,35	0,42	4,04	0,805
7	1,05	5,69	1,30	3,46	2,23	0,59	2,80	0,803
8	1,15	6,63	1,47	3,87	2,76	0,46	3,21	0,804
9	1,19	5,79	1,40	3,02	2,77	0,14	2,29	0,803
10	1,13	5,65	1,35	3,05	2,60	0,17	2,33	0,803
MIN	0,88	4,20	1,02	2,07	2,14	-0,07	2,02	0,803
MAX	1,32	8,89	1,64	5,53	3,35	0,70	4,04	0,805
PRŮMĚR	1,122	6,100	1,383	3,478	2,622	0,313	2,728	0,8035
VZOREK								
B	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	1,07	5,79	1,31	3,47	2,32	0,56	2,90	0,804
2	1,20	6,62	1,47	3,86	2,75	0,49	2,69	0,804
3	0,83	5,02	1,05	2,89	2,13	0,24	3,31	0,803
4	1,07	5,54	1,30	3,13	2,41	0,39	2,49	0,804
5	1,01	5,87	1,25	3,11	2,76	0,18	2,91	0,804
6	0,90	5,80	1,13	3,24	2,56	0,24	3,17	0,804
7	0,99	5,22	1,23	3,11	2,11	0,58	2,89	0,803
8	1,07	5,76	1,31	3,52	2,24	0,54	2,85	0,804
9	0,93	4,99	1,14	2,81	2,18	0,33	2,69	0,803
10	0,84	4,69	1,03	2,65	2,04	0,29	2,87	0,803
MIN	0,83	4,69	1,03	2,65	2,04	0,18	2,49	0,803
MAX	1,20	6,62	1,47	3,86	2,76	0,58	3,31	0,804
PRŮMĚR	0,991	5,53	1,222	3,179	2,35	0,384	2,877	0,8036
VZOREK								
C	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	1,00	5,47	1,26	3,24	2,23	0,68	2,98	0,803
2	1,11	5,80	1,36	3,32	2,49	0,16	2,62	0,805
3	0,94	5,48	1,15	3,32	2,17	0,59	2,93	0,804
4	1,04	5,90	1,27	3,08	2,82	0,06	2,50	0,804
5	1,01	5,49	1,26	3,14	2,35	0,47	2,70	0,803
6	1,10	5,55	1,31	2,96	2,60	0,25	2,27	0,804
7	0,90	5,41	1,11	9,82	2,59	0,06	2,75	0,804
8	1,05	5,60	1,29	3,19	2,40	0,18	2,53	0,804
9	1,13	5,60	1,39	2,92	2,69	-0,03	2,38	0,804
10	0,93	5,66	1,18	2,78	2,88	-0,08	2,73	0,804
MIN	0,90	5,41	1,11	2,78	2,17	-0,08	2,27	0,803
MAX	1,13	5,90	1,39	9,82	2,88	0,68	2,98	0,805
PRŮMĚR	1,021	5,596	1,258	3,777	2,522	0,234	2,639	0,8039

Tab. 04 – drsnost – odmaštěné vzorky

odmaštěné vzorky								
VZOREK								
1	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	0,89	5,21	1,11	2,83	2,38	0,04	2,92	0,802
2	1,05	6,43	1,35	3,74	2,69	0,49	3,22	0,804
3	1,02	5,56	1,28	3,34	2,21	0,62	2,91	0,804
4	1,31	6,69	1,59	4,00	2,69	0,66	2,66	0,804
5	1,30	6,70	1,55	4,00	2,70	0,57	2,66	0,804
6	1,03	6,32	1,32	4,03	2,28	0,80	3,87	0,804
7	1,21	7,19	1,53	4,21	2,97	0,52	3,24	0,805
8	1,36	7,39	1,70	4,19	3,20	0,45	2,69	0,806
9	0,96	5,77	1,19	3,34	2,43	0,34	2,82	0,803
10	1,06	6,07	1,32	3,35	2,72	0,24	2,86	0,804
MIN	0,89	5,21	1,11	2,83	2,21	0,04	2,66	0,802
MAX	1,36	7,39	1,70	4,21	3,20	0,80	3,87	0,806
PRŮMĚR	1,119	6,333	1,394	3,703	2,627	0,473	2,985	0,804
VZOREK								
2	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	1,02	5,02	1,23	2,64	2,39	0,16	2,30	0,803
2	0,92	6,02	1,16	3,24	2,78	0,16	3,22	0,804
3	1,01	5,19	1,21	2,50	2,69	0,01	2,42	0,804
4	0,89	4,92	1,08	2,66	2,27	0,17	2,43	0,803
5	1,14	5,86	1,41	3,25	2,61	0,44	2,55	0,804
6	1,03	6,02	1,28	3,44	2,58	0,30	2,66	0,804
7	1,01	5,03	1,21	2,93	2,10	0,52	2,46	0,803
8	0,89	5,48	1,15	3,20	2,27	0,40	3,28	0,803
9	0,85	6,09	1,10	3,58	2,51	0,29	4,56	0,804
10	0,97	5,60	1,18	2,92	2,68	0,13	2,66	0,804
MIN	0,85	4,92	1,08	2,50	2,10	0,01	2,30	0,803
MAX	1,14	6,09	1,41	3,58	2,78	0,52	4,56	0,804
PRŮMĚR	0,973	5,523	1,201	3,036	2,488	0,258	2,854	0,8036
VZOREK								
3	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	1,13	6,32	1,39	3,78	2,54	0,55	2,85	0,806
2	1,03	5,06	1,24	2,89	2,17	0,35	2,37	0,805
3	0,99	6,08	1,27	3,36	2,73	0,57	3,22	0,805
4	1,13	6,07	1,39	3,60	2,47	0,44	2,79	0,805
5	1,07	6,52	1,36	3,88	2,63	0,62	3,25	0,805
6	1,10	6,72	1,40	4,07	2,64	0,62	3,49	0,806
7	1,04	6,41	1,34	3,48	2,92	0,43	3,18	0,805
8	0,88	5,30	1,09	3,10	2,19	0,64	2,94	0,804
9	1,07	5,50	1,29	3,06	2,44	0,22	2,44	0,803
10	1,10	6,21	1,39	3,34	2,87	0,19	2,76	0,804
MIN	0,88	5,06	1,09	2,89	2,17	0,19	2,37	0,803
MAX	1,13	6,72	1,40	4,07	2,92	0,64	3,49	0,806
PRŮMĚR	1,054	6,019	1,316	3,456	2,56	0,463	2,929	0,8048

Tab. 05 – drsnost – odmaštěné a obroušené vzorky

odmaštěné a obroušené vzorky								
VZOREK								
M1	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	0,95	5,83	1,17	3,01	2,83	0,12	2,75	0,805
2	1,10	7,49	1,36	4,63	2,85	0,54	4,38	0,816
3	1,00	6,16	1,24	3,29	2,87	0,14	2,72	0,808
4	0,95	5,86	1,18	2,72	3,14	-0,10	2,87	0,806
5	0,87	5,75	1,09	2,89	2,85	0,05	2,80	0,808
6	1,09	6,64	1,36	3,89	2,75	0,44	2,84	0,806
7	0,84	5,41	1,04	2,48	2,93	-0,03	2,96	0,808
8	0,94	5,98	1,16	3,25	2,73	0,01	3,00	0,809
9	0,95	7,02	1,22	3,19	3,83	-0,28	3,55	0,808
10	0,86	4,93	1,05	2,63	2,31	0,09	2,37	0,806
MIN	0,84	4,93	1,04	2,48	2,31	-0,28	2,37	0,805
MAX	1,10	7,49	1,36	4,63	3,83	0,54	4,38	0,816
PRŮMĚR	0,955	6,107	1,187	3,198	2,909	0,098	3,024	0,808
VZOREK								
N1	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	0,82	5,67	1,03	2,84	2,83	-0,07	2,76	0,812
2	0,73	4,77	0,89	2,33	2,44	-0,13	2,75	0,809
3	0,94	6,14	1,18	2,75	3,39	-0,42	3,02	0,814
4	0,81	4,96	1,00	2,36	2,60	0,01	3,68	0,811
5	0,79	6,38	1,02	3,69	2,69	0,54	4,93	0,811
6	0,79	5,32	0,97	2,93	2,39	0,18	2,81	0,811
7	0,70	4,64	0,88	2,23	2,41	0,03	2,87	0,81
8	0,80	5,62	1,00	2,38	3,24	-0,59	3,38	0,809
9	0,85	5,84	1,09	2,81	3,03	-0,21	3,25	0,812
10	0,82	5,85	1,04	2,51	3,34	-0,45	3,27	0,809
MIN	0,70	4,64	0,88	2,23	2,39	-0,59	2,75	0,809
MAX	0,94	6,38	1,18	3,69	3,39	0,54	4,93	0,814
PRŮMĚR	0,805	5,519	1,01	2,683	2,836	-0,111	3,272	0,8108
VZOREK								
O1	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk -	Rku -	Rlo [mm]
1	0,91	6,42	1,14	2,96	3,46	-0,25	3,22	0,814
2	0,90	5,68	1,12	3,15	2,52	0,23	2,84	0,808
3	0,75	5,83	0,97	2,70	3,13	-0,22	3,55	0,811
4	0,97	5,97	1,18	2,83	3,15	-0,09	2,78	0,811
5	0,89	5,23	1,09	2,75	2,48	0,06	2,54	0,819
6	0,87	6,41	1,12	3,43	2,98	0,13	3,22	0,814
7	0,91	6,27	1,14	3,31	2,96	0,21	3,30	0,813
8	0,99	5,71	1,22	3,09	2,62	0,25	2,54	0,811
9	0,91	5,89	1,13	2,81	3,08	0,09	2,82	0,809
10	0,86	5,87	1,12	2,83	3,04	-0,17	3,27	0,814
MIN	0,75	5,23	0,97	2,70	2,48	-0,25	2,54	0,808
MAX	0,99	6,42	1,22	3,43	3,46	0,25	3,55	0,819
PRŮMĚR	0,896	5,928	1,123	2,986	2,942	0,024	3,008	0,8124

3.7. Měření hmotnosti

Před i po černění byly všechny vzorky zváženy, hodnoty zapsány do tabulky a byly zkoumány změny hmotnosti po nanesení povlaku. Hmotnost byla měřena na digitální váze Ohaus, která zobrazuje hodnotu se čtyřmi desetinnými místy.

Výsledky:

Tab. 06 – hmotnost – alkalické černění

neočištěné vzorky - černění alkalické						
vzorek	M	N	O	P	Q	R
m1	30,7578	30,6254	30,8761	30,6790	30,7300	30,7921
m2	30,7444	30,6121	30,8639	30,6672	30,7227	30,7839
rozdíl	-0,0134	-0,0133	-0,0122	-0,0118	-0,0073	-0,0082
vzorek	S	T	U	V	W	X
m1	30,9098	30,7815	30,7593	30,8788	30,7746	30,6596
m2	30,8981	30,7701	30,7490	30,8670	30,7614	30,6507
rozdíl	-0,0117	-0,0114	-0,0103	-0,0118	-0,0132	-0,0089
průměr rozdílů	-0,01113					
m1=hmotnost před černěním, m2 - hmotnost po černění [g], rozdíl=m2-m1						

odmaštěné a obroušené vzorky - černění alkalické						
vzorek	M1	N1	O1	P1	Q1	R1
m1	30,6395	30,7487	30,8478	30,7835	30,6197	30,8169
m2	30,6309	30,7386	30,8408	30,7776	30,6131	30,8087
rozdíl	-0,0086	-0,0101	-0,0070	-0,0059	-0,0066	-0,0082
vzorek	S1	T1	U1	V1	W1	X1
m1	30,7151	30,7843	30,8942	30,8186	30,7512	30,7730
m2	30,7053	30,7731	30,8844	30,8084	30,7442	30,7643
rozdíl	-0,0098	-0,0112	-0,0098	-0,0102	-0,0070	-0,0087
průměr rozdílů	-0,00859					
m1=hmotnost před černěním, m2 - hmotnost po černění [g], rozdíl=m2-m1						

Tab. 07 – hmotnost – kyselé černění

neočištěné vzorky - černění kyselé						
vzorek	A	B	C	D	E	F
m1	30,6501	30,8372	30,8737	30,7701	30,8916	30,7828
m2	30,6498	30,8362	30,8730	30,7690	30,8914	30,7823
rozdíl	-0,0003	-0,0010	-0,0007	-0,0011	-0,0002	-0,0005
vzorek	G	H	I	J	K	L
m1	30,7938	30,8418	30,9198	30,8757	30,4887	30,7653
m2	30,7921	30,8407	30,9175	30,8742	30,4867	30,7637
rozdíl	-0,0017	-0,0011	-0,0023	-0,0015	-0,0020	-0,0016
průměr rozdílů	-0,00117					
m1=hmotnost před černěním, m2 - hmotnost po černění [g], rozdíl=m2-m1						

odmaštěné vzorky - černění kyselé						
vzorek	1	2	3	4	5	6
m1	30,917	30,8319	30,6539	30,696	30,7211	30,5321
m2	30,9175	30,8323	30,6536	30,6969	30,7224	30,5319
rozdíl	0,0005	0,0004	-0,0003	0,0009	0,0013	-0,0002
vzorek	7	8	9	10	11	12
m1	30,9012	30,7995	30,8633	30,6838	30,6504	30,6718
m2	30,9020	30,8002	30,8638	30,6842	30,6511	30,6723
rozdíl	0,0008	0,0007	0,0005	0,0004	0,0007	0,0005
průměr rozdílů	0,00052					
m1=hmotnost před černěním, m2 - hmotnost po černění [g], rozdíl=m2-m1						

odmaštěné a obroušené vzorky - černění kyselé						
vzorek	A1	B1	C1	D1	E1	F1
m1	30,6321	30,6555	30,8867	30,7343	30,7913	30,8493
m2	30,6331	30,6557	30,8877	30,7357	30,7940	30,8501
rozdíl	0,0010	0,0002	0,0010	0,0014	0,0027	0,0008
vzorek	G1	H1	I1	J1	K1	L1
m1	30,8293	30,4789	30,7003	30,7470	30,6449	30,7655
m2	30,8297	30,4798	30,7011	30,7479	30,6464	30,7650
rozdíl	0,0004	0,0009	0,0008	0,0009	0,0015	-0,0005
průměr rozdílů	0,00093					
m1=hmotnost před černěním, m2 - hmotnost po černění [g], rozdíl=m2-m1						

Pro lepší přehlednost jsou v tabulce uvedeny kromě hmotnosti před černěním a hmotnosti po černění také rozdíl obou hmotností, kdy se od hmotnosti po černění odečetla hmotnost před černěním. Ve spodní části tabulek je potom uvedena průměrná hodnota rozdílů. Rozdíl hmotností je velmi malý, což nám dokazuje, že oxidická vrstva je velice tenká a nejen, že nám nemění rozměry, výrazně nám nezmění ani hmotnost černěného předmětu.

Při kyselém černění neočištěných vzorků došlo dokonce k zaznamenání úbytku hmotnosti, který lze vysvětlit tím, že při nanášení černicího přípravku štětcem došlo k částečnému odstranění mastnoty a jiných nečistot. Tento úbytek byl nepatrně větší než hmotnost vytvořeného povlaku a proto byly vzorky po černění lehčí. V případě odmaštěných a odmaštěných + obroušených vzorků došlo k nárůstu váhy v řádech desetitisícin gramu, což je číslo téměř zanedbatelné a můžu tedy tvrdit, že nedošlo k výrazným změnám váhy.

Zajímavostí je černění alkalické, kdy došlo ve všech případech předúprav k úbytku váhy, a to i po odmaštění a odmoření vzorků. V případě neočištěných vzorků je úbytek v řádu setin gramu, což je oproti kyselému černění o řád vyšší hodnota. K takto rozdílnému úbytku došlo vlivem zvýšené teploty a charakteru černicí lazně. Po ponoření znečištěného předmětu do černicí vany došlo při vysoké teplotě k okamžitému odmaštění. K úbytku váhy došlo i v případě vzorků očištěných. Tento jev si vysvětluji nedokonalým odmaštěním před černěním. Vlivem nesprávného poměru odmašťovacího přípravku, krátké doby odmašťování či špatnou manipulací se vzorky, zůstaly na povrchu zbytky nečistot a po vnoření do lázně došlo k doodmaštění povrchu.

3.8. Alkalické a kyselé černění

Jelikož kyselé černění používané na zbraně probíhá za přesně daných podmínek – teplota a vlhkost několik hodin, poté je povrch okartáčován a celý proces se několikrát opakuje, v experimentální části práce byl tento zdoluhavý a v laboratořích neproveditelný proces nahrazen použitím volně prodejného přípravku, který slouží k černění zastudena, a to zejména k opravení vad na stávajícím oxidickém povlaku nebo k černění menších součástí. Výrobce prostředku uvádí podmínky, za nichž má být černění prováděno a složení materiálu, na který lze povlak nanést. Tyto podmínky byly splněny. Prostředek byl nanášen štětcem. Po nanesení se nechal uvedenou dobu působit a poté následoval oplach ve studené vodě.



Obr. 17 – vzorky po nanesení černicího přípravku



Obr. 18 – nanášení na neočištěný povrch

Alkalické černění provedla odborně firma, která se povrchovými úpravami zabývá. Černění probíhalo v roztoku hydroxidu sodného a dusitanu sodného v poměru 30 g dusitanu sodného a 1 kg hydroxidu sodného na 1 litr vody. Ve školních laboratořích, bohužel, nebylo možné požadované podmínky zajistit, hlavně udržet v nádobě konstantní teplotu po dobu potřebnou k černění.



Obr. 19 – vzorky před černěním



Obr. 20 – vzorky po černění

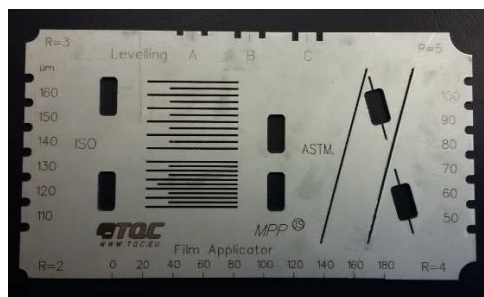
3.9. Zkouška křížovým řezem

Přilnavost byla hodnocena podle normy ČSN EN ISO 16276-2, která popisuje postup zkoušení křížovým řezem a mřížkovou zkouškou. V tomto případě byla provedena zkouška křížovým řezem.

Potřebné materiály: [14]

- Řezný nástroj, který musí mít definovaný tvar a být v dobrém stavu
- Štětec
- Samolepicí páska – s přilnavostí 6 N/25 mm až 10 N/25 mm, široká min 50 mm

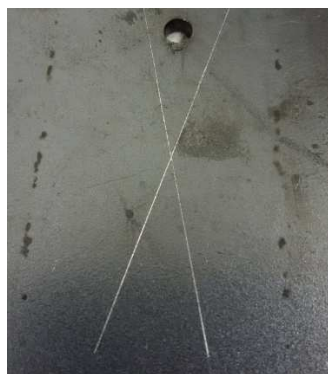
Křížový řez se provádí nástrojem s přesně definovaným ostřím (podle ISO 2409). Řez ve tvaru X o délce 40 mm musí proniknout až k základnímu materiálu. Úhel mezi oběma řezy se pohybuje v rozmezí 30° - 40°. Po provedení řezu se na povrch pevně přitiskne lepicí páska (ISO 2409) v délce 75 mm, která se během 5 minut strhne. [14]



Obr. 21 – šablona – křížový řez

Vyhodnocení:

Výsledek zkoušky se hodnotí podle tabulky uvedené v normě ČSN EN ISO 16276-2. U všech vzorků černěných kysele i alkalicky **prokázal křížový řez poškození stupně 0 – Žádné odlupování nebo odpadávající nátěr.**



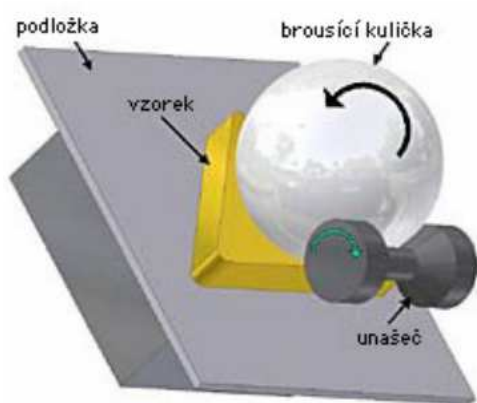
Obr. 22 – křížový řez



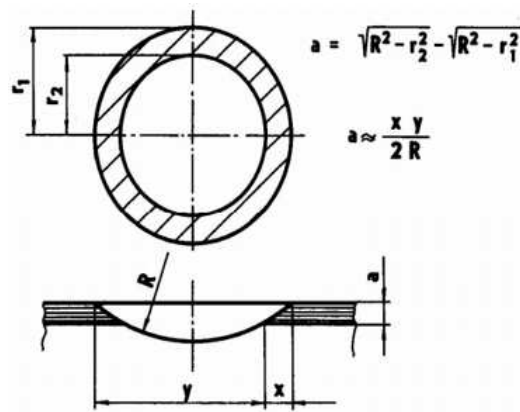
Obr. 23 – křížový řez

3.10. Kalotest

Pomocí kalotestu lze vypočítat tloušťku vrstvy povlaku. Používá se ocelová kulička, která se otáčí a vybrousí do vzorku kulový vrchlík. Pokud se na výbrus díváme kolmo, jeví se jako mezikruží, díky němuž lze spočítat tloušťku vrstvy. K výpočtu je třeba znát poloměr kuličky a poloměry kružnic. Poté následuje dosazení poloměrů do vzorce pro výpočet tloušťky.



Obr. 24 – schéma zařízení [12]



Obr. 25 – postup výpočtu [12]



Obr. 26 – kalotest



Obr. 27 - kalotest

Výsledky:

Pro tuto zkoušku bylo zvoleno 100 a 200 otáček na každý vzorek. Místo styku kuličky s plochou vzorku bylo označeno tužkou včetně počtu otáček. Vyhodnocení vychází z fotografií pořízených pomocí mikroskopu (zvětšení 25x). Byla změřena délka strany fotografie a srovnáním se skutečnou délkou byl zjištěn poměr, kterým byly přepočítány i průměry kružnic. Průměry se zaznamenaly do tabulky, dopočítaly poloměry a pomocí vzorců i z nich vycházející tloušťku oxidické vrstvy. Na zkoušku byla použita kulička o poloměru 14,25 mm. Poloměr kuličky je značen R, poloměry kružnic r1 a r2.

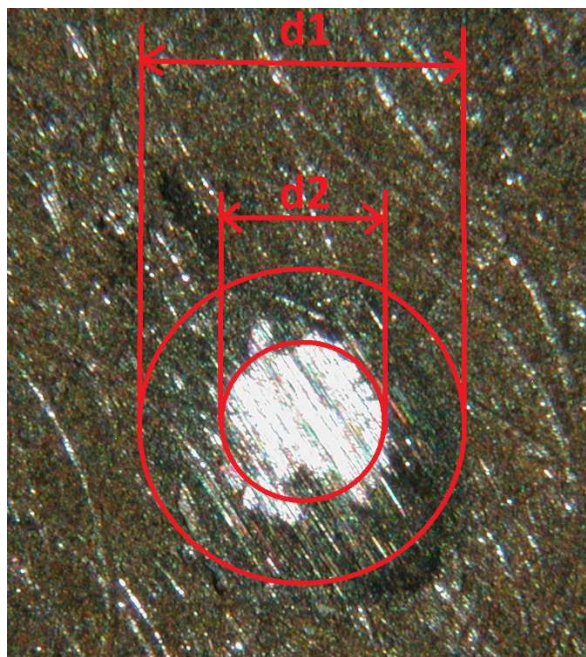
Tab. 08 – tloušťka vrstvy

ALKALICKÉ ČERNĚNÍ											
neočištěné vzorky											
foto	vzorek	otáčky	R kuličky	d1 změř. [mm]	d2 změř. [mm]	r1 změř. [mm]	r2 změř. [mm]	poměr	r1 skut. [mm]	r2 skut. [mm]	tl. vrstvy a [mm]
9775	M1	100	14,25	39	27	19,5	13,5	45,5	0,4286	0,2967	0,003357
9778	M1	200	14,25	34	26	17	13	45,5	0,3736	0,2857	0,002034
9779	N1	100	14,25	42	34	21	17	45,5	0,4615	0,3736	0,002577
9780	N1	200	14,25	40	27	20	13,5	45,5	0,4396	0,2967	0,003692
9781	O1	100	14,25	45	34	22,5	17	45,5	0,4945	0,3736	0,003684
9782	O1	200	14,25	39	24	19,5	12	45,5	0,4286	0,2637	0,004005
průměrná tloušťka u neočištěných vzorků:											0,0031985
odmaštěné + mořené vzorky											
9783	M	100	14,25	40	31	20	15,5	45,5	0,4396	0,3407	0,002709
9784	M	200	14,25	41	32	20,5	16	45,5	0,4505	0,3516	0,002785
9785	N	100	14,25	39	26	19,5	13	45,5	0,4286	0,2857	0,003582
9786	N	200	14,25	44	35	22	17,5	45,5	0,4835	0,3846	0,003014
9787	O	100	14,25	37	27	18,5	13,5	45,5	0,4066	0,2967	0,002713
9788	O	200	14,25	39	34	19,5	17	45,5	0,4286	0,3736	0,001547
průměrná tloušťka u odmaštěných a mořených vzorků:											0,0027248
průměrná tloušťka alkalické černění:											0,00296
KYSELÉ ČERNĚNÍ											
neočištěné vzorky											
foto	vzorek	otáčky	R kuličky	d1 změř. [mm]	d2 změř. [mm]	r1 změř. [mm]	r2 změř. [mm]	poměr	r1 skut. [mm]	r2 skut. [mm]	tl. vrstvy a [mm]
9744	A	100	14,25	34	26	17	13	45,5	0,3736	0,2857	0,002034
9745	A	200	14,25	39	31	19,5	15,5	45,5	0,4286	0,3407	0,002374
9746	B	100	14,25	X	X						
9747	B	200	14,25	47	34	23,5	17	45,5	0,5165	0,3736	0,004464
9748	C	100	14,25	41	33	20,5	16,5	45,5	0,4505	0,3626	0,002509
9749	C	200	14,25	38	32	19	16	45,5	0,4176	0,3516	0,001780
průměrná tloušťka u neočištěných vzorků:											0,002632
odmaštěné vzorky											
9742	1	100	14,25	46	34	23	17	45,5	0,5055	0,3736	0,004070
9743	1	200	14,25	44	38	22	19	45,5	0,4835	0,4176	0,002086
9740	2	100	14,25	35	27	17,5	13,5	45,5	0,3846	0,2967	0,002102
9741	2	200	14,25	44	38	22	19	45,5	0,4835	0,4176	0,002086
9738	3	100	14,25	X	X						
9737	3	200	14,25	X	X						
průměrní tloušťka u odmaštěných vzorků:											0,002586
odmaštěné a obroušené vzorky											
9750	A1	100	14,25	39	28	19,5	14	45,5	0,4286	0,3077	0,003124
9751	A1	200	14,25	35	27	17,5	13,5	45,5	0,3846	0,2967	0,002102
9754	B1	100	14,25	X	X						
9755	B1	200	14,25	28	21	14	10,5	45,5	0,3077	0,2308	0,001454
9752	C1	100	14,25	32	25	16	12,5	45,5	0,3516	0,2747	0,001691
9753	C1	200	14,25	34	30	17	15	45,5	0,3736	0,3297	0,001085
průměrní tloušťka u odmaštěných a obroušených vzorků:											0,001891
průměrná tloušťka kyselého černění:											0,00237

Průměrná tloušťka se pohybuje kolem 2 µm. V případě neočištěných vzorků je tloušťka větší, což je způsobeno nečistotami na povrchu. Některé vzorky bohužel nebylo možné vyhodnotit.



Obr. 28 - mikroskop



Obr. 29 – ukázka vyhodnocení tloušťky vrstvy na konkrétním vzorku

3.11. Korozní zkouška

Korozní zkouška byla provedena dle ČSN ISO 9227. Tato norma stanovuje přesný průběh zkoušky. Jedná se o zkoušení v mlze chloridu sodného nebo chloridu sodného a chloridu měďnatého. Tento experiment zjišťuje odolnost materiálu vůči korozi. Lze zkoušet materiály nechráněné i chráněné povlaky nebo dočasnou protikorozi ochranou.

Podmínky provedení zkoušky:

- Umístění vzorků do komory
 - Nesmí být přímo vystaveny postřiku
 - Povrch vzorku musí být pod úhlem 20° ke svislici
- Teplota v komoře se pohybuje kolem 35 °C v rozmezí ± 2 °C
- pH roztoku se pohybuje v rozmezí 6,5 – 7,2

Zkouška probíhala za výše uvedených podmínek po dobu 24 hodin v korozní komoře S 400 M TR, Liebisch

Průběh zkoušky:

- příprava vzorků a černění
- simulace poškození povlaku na polovině vzorků – řezem, který ovšem nebylo možné provést podle normy 50 mm vzhledem k rozměrům vzorků
- přelepení hran a zadní strany lepicí páskou
- umístění do komory
- vyjmutí a schnutí (0,5 – 1 hod)
- ponor do čisté tekoucí vody o teplotě do 40 °C
- osušení proudícím vzduchem



Obr. 30 – příprava vzorků pro korozní zkoušku

Vyhodnocení:

vzorky s řezem

Stupeň koroze byl vyhodnocen podle normy ČSN EN ISO 4628-8, srovnáním vzorků s obrazovou přílohou normy. Tato norma přesně udává postup přípravy vzorku, použité pomůcky a metody vyhodnocení.

a. Kyselé černění

Při porovnání s obrazovou přílohou normy bylo na 8 z 9 vzorků zjištěn stupeň koroze 5 – velmi značná. Výjimkou je vzorek F, kde je stupeň 1 – velmi malá.

b. Alkalické černění

V případě alkalického černění je také na 5 vzorcích koroze v okolí řezu stupně 5 – velmi značná. Na vzorku T1 je stupeň 3 – mírná.

Tab. 09 – korozní zkouška - řez

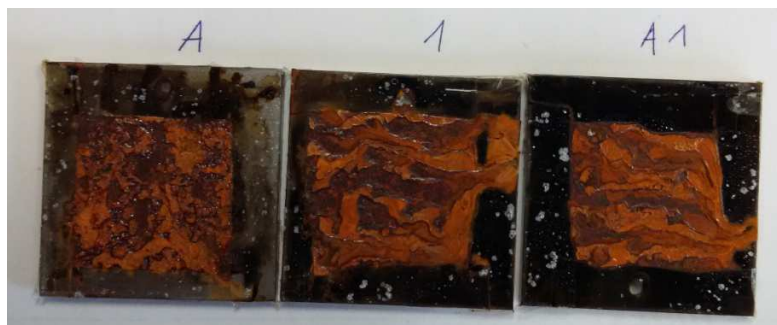
korozní zkouška - vzorky s řezem			
černění kyselé		černění alkalické	
neочиštěné		neочиštěné	
VZOREK	STUPEŇ KOROZE	VZOREK	STUPEŇ KOROZE
D	5 - velmi značná	S	5 - velmi značná
E	5 - velmi značná	T	5 - velmi značná
F	1 - velmi malá	U	5 - velmi značná
odmaštěné		odmaštěné a mořené	
4	5 - velmi značná	S1	5 - velmi značná
5	5 - velmi značná	T1	3 - mírná
6	5 - velmi značná	U1	5 - velmi značná
odmaštěné a obroušené			
D1	5 - velmi značná		
E1	5 - velmi značná		
F1	5 - velmi značná		

Vzorky bez řezu

Stupeň prorozavění byl hodnocen podle normy ČSN EN ISO 4628-3.

a. Kyselé černění

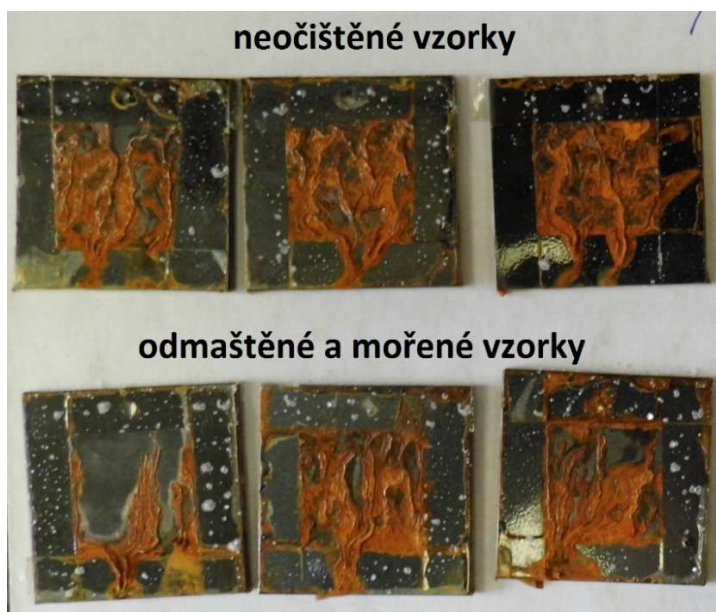
Na všech vzorcích byl vyhodnocen stupeň prorozavění Ri 5 (S5). Plocha s výskytem rzi byla větší než 40 %.



Obr. 31 – srovnání vzorků s různými přípravami substrátu

b. Alkalické černění

Pouze na vzorku P1 byl stupeň prorozavění Ri 4 (S5). Na všech ostatních vzorcích byl vyhodnocen stupeň prorozavění Ri 5 (S5) – rez byla na ploše větší než 40 %.



Obr. 32 – srovnání vzorků po korozní zkoušce (alkalické černění bez řezu)

Tab. 10 – korozní zkouška – bez řezu

korozní zkouška - vzorky bez řezu			
černění kyselé		černění alkalické	
neочиštěné		neочиštěné	
VZOREK	STUPEŇ PROREZAVĚNÍ	VZOREK	STUPEŇ PROREZAVĚNÍ
A	Ri 5 (S5)	P	Ri 5 (S5)
B	Ri 5 (S5)	Q	Ri 5 (S5)
C	Ri 5 (S5)	R	Ri 5 (S5)
odmaštěné		odmaštěné a mořené	
1	Ri 5 (S5)	P1	Ri 4 (S5)
2	Ri 5 (S5)	Q1	Ri 5 (S5)
3	Ri 5 (S5)	R1	Ri 5 (S5)
odmaštěné a obroušené			
A1	Ri 5 (S5)		
B1	Ri 5 (S5)		
C1	Ri 5 (S5)		

ZÁVĚR

Bakalářská práce se zabývá studiem vlastností oxidických povlaků. V teoretické části jsou nejprve popsány úpravy substrátu před nanesením povlaku, dále technologický postup černění alkalického i kyselého, popis chemických procesů a vliv jednotlivých složek lázně. V případě černění alkalického jsou uvedeny možné vady oxidické vrstvy a způsoby jejich opravy. Jedna kapitola je věnována oplachu, oplachové vodě a možnostem jejího dalšího využití. U kyselého černění je popsán postup černění hlavní, jelikož se jedná o nejčastější využití této povrchové úpravy.

Experimentální část je zaměřena na vlastnosti oxidických povlaků. V první části je popsána příprava vzorků. Pro možnost pozorování vlivu předúprav na kvalitu povlaku, byly vzorky rozděleny na neočištěné, odmaštěné, odmaštěné a obroušené, případně mořené. Následuje měření drsnosti a hmotnosti. Všechny výsledky jsou přehledně zapsány do tabulky. V případě hmotnosti došlo u všech vzorků při alkalickém černění k úbytku váhy, který je způsobený odmaštěním vzorků po ponoření do alkalické lázně. I v případě vzorků již odmaštěných došlo po vnoření k dalšímu odmaštění, což dokazuje, že odmaštění nebylo úplné. U vzorků černěných kyselé byl úbytek zaznamenán pouze u vzorků neočištěných rovněž z důvodu odmaštění a odstranění nečistot při nanášení přípravku.

Byla provedena zkouška křížovým řezem, při níž všechny zkoušené vzorky prokázaly poškození stupně 0. Tloušťka vrstvy byla zkoumána pomocí kalotestu, kdy se do vzorku vybrousil kuličkou kulový vrchlík. Pohledem přes mikroskop při zvětšení 25x byly na vzorku znatelné kružnice, ze kterých se po vyfocení vypočítala pomocí vzorce tloušťka vrstvy pohybující se kolem 2,5 μm . Vzhledem k takto malé tloušťce nebylo možné u některých vzorků mezikruží rozeznat a tloušťku vyhodnotit.

Následovala korozní zkouška. Zkouška probíhala dle ČSN ISO 9227 po dobu 24 hodin v korozní komoře S 400 M TR, Liebsch. Do komory byla vložena polovina vzorků s řezem, polovina bez řezu. Po vyjmutí byl hodnocen stupeň prorezavění a stupeň koroze v okolí řezu. Vzorky s řezem byly hodnoceny podle normy ČSN EN ISO 4628-8. V případě černění kyselého pouze jeden vzorek nedosáhl stupně koroze 5, a sice vzorek F, na kterém byl stupeň koroze 1. Při zkoušení povlaku vytvořeného černěním alkalickým opětovně pouze jeden vzorek nedosáhl stupně 5. V tomto případě se jednalo o vzorek T1 – stupeň 3.

U vzorků bez řezu byly výsledky hodnoceny podle normy ČSN EN ISO 4628-3. Všechny vzorky kromě P1 byly vyhodnoceny jako vzorky se stupněm prorezavění Ri 5. Vzorek P1 – alkalicky černěný, očištěný vzorek dosáhl stupně Ri 4. U většiny vzorků byla rez jasně viditelná na více než 40% plochy. V případě alkalicky černěných vzorků lze pozorovat menší podíl rzi na odmaštěném a mořeném povrchu. Tyto předúpravy pozitivně ovlivnily

vlastnosti povlaku, jeho celistvost i protikorozi vlastnosti. Opačně tomu bylo v případě kyselých černěných vzorků. Zde lze pozorovat o pár procent menší část povrchu, který je pokryt rží na neočištěném podkladu. Tento jev si vysvětlují nedokonalým oplachem po odmaštění. Jelikož byl použit zásaditý roztok a vzorky byly následně černěny kyselým přípravkem, mohlo dojít k reakci zbytků odmašťovačů s tímto přípravkem. Oxidická vrstva se sice na vzorcích vytvořila souvisle, nedosahovala ovšem požadovaných vlastností.

Z experimentální části této práce vyplývá, že oxidický povlak nevykazuje dobré protikorozi vlastnosti a při kalotestu došlo již při 100 otáčkách k obnažení základního materiálu. Černění alkalické je vhodné používat k estetickým účelům. Je však třeba si uvědomit, že bez konzervace olejem nebo použitím v odpovídajících podmínkách (části strojů pracující v oleji nebo jiném mazivu), není vhodnou povrchovou úpravou, od níž se očekává dobrá korozivzdornost. Co se týká černění kyselého, podle dostupných zdrojů by měl mít dobré otěruvzdorné a antikorozi vlastnosti oxidický povlak vytvořený zastudena postupem popsáním v teoretické části, dodnes používaný k ochraně hlavní u střelných zbraní. I když se jedná o zdlouhavý a ekonomicky náročnější postup, je vhodné jej použít, neboť jeho náhražka v podobě černicího roztoku zdaleka takových kvalit a vlastností nedosahuje.

POUŽITÉ ZDROJE:

- [1] MOHYLA, Miroslav. Technologie povrchových úprav kovů. 3.vyd. Ostrava: VŠB-TU Ostrava, 2006. 156 s. ISBN 80-248-1217-7.
- [2] Alkalické černění. *Mmspektrum* [online]. [cit. 2016-01-26]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/alkalicke-cerneni.html>
- [3] Černění obrobků ze železných materiálů. *Durferit* [online]. [cit. 2016-01-26]. Dostupné z: www.hledat.cz/soubor/882356
- [4] Černění nebo magnofosfátování? *Povrchové úpravy* [online]. 2005, 2005(02) [cit. 2016-01-26]. Dostupné z: <http://www.povrchoveupravy.cz/2005-02-clanek01.html>
- [5] PODJUKLOVÁ, Jitka. Speciální technologie povrchových úprav I. 1.vyd. Ostrava: VŠB-TU Ostrava, 1994. 76 s. ISBN 80-7078-235-8.
- [6] *Povrchová úprava chemická a elektrochemická: jednotné normativy : CNN 20-10-0-0/I*. 1. vyd. Praha: Celostátní normy a normativy, 1966, 169 s.
- [7] RUML, Vladimír a Miloslav SOUKUP. *Galvanické pokovování*. 1. vyd. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1981, 321 s.
- [8] *Tryskcí materiály* [online]. [cit. 2016-02-10]. Dostupné z: <http://tryskaci-materialy.cz/produkty/>
- [9] *Vstup do technologie povrchových úprav* [online]. [cit. 2016-02-10]. Dostupné z: <http://www.tribotechnika.sk/tribotechnika-62015/vstup-do-technologie-povrchovych-uprav.html>
- [10] ŠÍMA, Josef. *Alkalické oxydování (černění) železných kovů*. Bratislava: Dom techniky, 1958.
- [11] ŠÍMA, Josef. *Kyselé oxydování (černění) železných kovů*. Bratislava: Dom techniky, 1958.
- [12] *Tenké vrstvy* [online]. [cit. 2016-01-26]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf
- [13] TICHÁ, Šárka. Strojírenská metrologie část 1, Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, Ostrava, 2004

[14] ČSN EN ISO 16276-2 *Ochrana ocelových konstrukcí proti korozi ochrannými nátěrovými systémy – Hodnocení a kritéria přijetí, adheze/koheze (odtrhová pevnost) povlaku – Část 2: Mřížková zkouška a křížový řez*. Praha: Český normalizační institut, Leden 2008. 16 s

Poděkování

Ráda bych touto cestou poděkovala doc. Ing. Jitce Podjuklové, CSc. za odborné vedení a rady při vypracování této bakalářské práce.

Mé poděkování patří i Ing. Lence Koldové a Ing. Renému Siostrzonkovi Ph.D. za jejich ochotu a pomoc při vypracování experimentální části práce a Janu Žížkovi za jeho vstřícnost, rady a zapůjčení potřebných materiálů.

V neposlední řadě chci poděkovat rodině za podporu po celou dobu mého studia.